# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

## METHOD FOR ELECTROLYZING ALKALI CHLORIDE USING BIPOLAR **ELECTROLYTIC CELL**

Patent Number:

JP4350190

Publication date:

1992-12-04

Inventor(s):

NOAKI YASUHIDE; others: 01

Applicant(s)::

ASAHI CHEM IND CO LTD

Requested Patent:

JP4350190

Application Number: JP19910123536 19910528

Priority Number(s):

IPC Classification:

C25B9/00

EC Classification:

Equivalents:

#### Abstract

PURPOSE:To smoothly circulate an electrolyte, to prevent the vibration of an electrolytic cell and to make electrolysis efficient by providing an electrolyte distributor at the lower part of the cell and a gas-liq. separation chamber at the upper part.

CONSTITUTION:An electrolyte distributor 17 is provided with a horizontal slit 18 and fixed to the lower part of the current-carrying part on the anode side. A gas is generated from the electrolyte in the cell in the amt. corresponding to the electrolytic current, and the electrolyte flows upward and enters a gas-liq. separation chamber 14. The cell is pressurized to >=0.2kg/cm<2> G to reduce the volume of the gas bubble, and electrolysis is carried out at 90 deg.C. Consequently, the electrolyte is vertically circulated and sufficiently agitated, and the vibration of the cell is reduced.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号

特開平4-350190

(43)公開日 平成4年(1992)12月4日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C 2 5 B 9/00

3.11

8414-4K

審査請求 未請求 請求項の数1(全10頁)

(21)出願番号

特顏平3-123536

(71)出願人 000000033

旭化成工業株式会社

(22)出顧日

平成3年(1991)5月28日

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72)発明者 野秋 康秀

宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成

工業株式会社内

(72)発明者 岡本 三郎

宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成

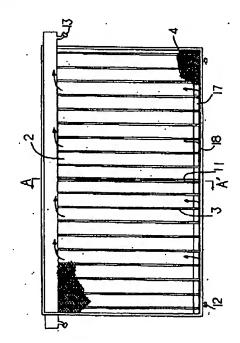
工業株式会社内

### (54) 【発明の名称】 複極式電解槽を用いた塩化アルカリの電解方法

#### (57) 【要約】

【目的】 高電流密度でも安定した電解ができる、塩化 アルカリの電解方法を提する。

【構成】 陽イオン交換膜を用いて塩化アルカリを電解する際、陽極室用鍋状体A)と、陰極室用鍋状体(B)を2つ背中合わせに配置することにより陽極室と陰極室を構成せしめ、陽極室上部の非通電部分及び陰極室上部の非通電部分の各々に気被分離室を設け、陽極室及び/又は陰極室内に供給電解液を均等に分配せしめるための分配板有するフィルタープレス型電解槽を用いることを特徴とする塩化アルカリの電解方法。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽イオン交換膜を用いて塩化アルカリを 電解する際、鉤型フランジ部、周壁部および側壁部から なり、周壁部と側壁部が空間を構成し、側壁部には酸空 間内に延びる導電リプを介して隔極が固着されている隔 極室用鍋状体(A)と、鉤型フランジ部、周壁部および 側壁部からなり、周壁部と側壁部が空間を構成し、側壁 部には該空間内に延びる導電リブを介して陰極が固着さ れている陰極室用鍋状体(B)を2つ背中合わせに配置 し、それぞれの鉤型フランジ部と周盤部とにより形成さ 10 で安定した電解をしようとする場合、あるいは45A/ れる空間に棒状フレームを挿入することにより陽極室と 陸極室を構成せしめた電解槽ユニットを隔イオン交換膜 を介して多数配列せしめてなるフィルタープレス型電解 槽において、(a) 脳極室上部の非通電部分及び陰極室 上部の非通電部分の各々に気液分離室を設け、(b) 脳 極室及び/又は陰極室内に供給電解液を均等に分配せし めるための分配装置を有するフィルタープレス型電解槽 を用いることを特徴とする塩化アルカリの電解方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、アルカリ金属塩化物水 溶液を電解し塩素とアルカリ金属水酸化物を生産するた めの、イオン交換膜法塩化アルカリの電解方法に関す る.

#### [0002]

【従来の技術】高電流効率で高純度のアルカリ金属水酸 化物を生産するためのイオン交換膜法塩化アルカリ電解 方法については、従来より多数提案されている。例えば 陰極室内圧を陽極室内圧より高く保ちながら電解してい る特開昭51-68477号、陽極液中に鉱酸を添加 30 し、陽極室内の食塩水溶液のpHを3.5以下に維持し て電解する特開昭51-103099号、陽極室内のハ ロゲンガスおよび陰極室内の水素ガスを大気圧よりも高 圧に加圧しながら電解する特開昭53-4796号、供 給塩水および/又は淡塩水に塩化水素ガスを吸収させつ つ電解する特開昭54-109076号等がある。これ らの電解方法は、電解電圧を低減したりあるいは発生す る塩素ガス中に含まれる酸素を少なくするなどの効果が あるが、電解中の電解槽内の振動発生を防止しつつ高電 流密度で電解するためには、まだ十分満足できるもので 40 部、周壁部および倒壁部からなり、周壁部と倒壁部が空 はない。

【0003】塩化アルカリを電解するための電解槽とし ては、隣接セルの電気接続をチタンー鉄爆発圧着板によ って行なっている特別昭51-43377号、隣接セル の電気接続をパネ性を有するコネクターで行なっている 特開昭53-149174号、電解槽材料にプラスチッ クを用いて隣接セルの電気接続をポルトとナットで行な っている特開昭51-72973号、隣接セルの接続を チタンー銅ーステンレスを超音波溶接等で接合して行な

開昭59-9185号、単極式及び複極式どちらでも用 いることのできる特開昭61-44189号等がある。 特開昭62-96688号では、陽極室用鍋状体と陰極 室状鍋状体を2つ背中あわせに配置し、それぞれの鉤型 フランジ部と周壁部とにより形成される空間に棒状フレ 一ムを挿入した電解槽ユニットを提案している。この電 解槽は確かに溶接部が少なくセル内圧を高くしても電解 液のリークもなく、加工が簡単で安価である。しかし、 例えば加圧状態から減圧状態までの広い範囲の運転条件 dm<sup>®</sup> 以上の高電流密度で電解する場合には、セル内部 の流動や振動の点で改良の余地が残されている。また特 開昭61-19789号には、電極板と電極シートの間 に導電性スペーサーを配置し電解液の下降流路としたも の、特別昭63-11686号には、電解液の下降流路 となる簡状の電流分配部材を取り付けているものがあ る。これらの方法では、内部の液の流動は改善されてい るが、高電流密度において液とガスの抜き出し口付近で の振動発生や、セル内圧を高くしようとすると電解槽の 20 強度が不足したり、電解液のリークが生じたり、供給電 解液に塩酸を添加しつつ電解しようとするとイオン交換 膜の電圧が上昇する等の不都合が生じる場合がある。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】上記のように、従来技 術は、イオン交換膜法塩化アルカリの電解方法として適 するよう工夫がなされているが、電解中における振動発 生の防止や、45A/dm²以上の高電流密度で低電圧 で電解する等の、最近の省力化、高効率化についての要 求に対しては十分満足ゆくものではない。

【0005】かくして、本発明の目的は、加工が簡単で 安価に製作できる複種式フィルタープレス型電解槽を用 いて電解液のリークがないだけでなく、電解時の電解槽 内部圧力が加圧状態において電解槽内部の電解液の流動 が十分確保できるとともに、高電流密度、高濃度アルカ リにおいても、振動がなく安定した電解ができる電解方 法を提供することにある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、陽イオン交換 膜を用いて塩化アルカリを電解する際、鉤型フランジ 間を構成し、倒壁部には眩空間内に延びる導電リブを介 して陽極が固着されている陽極室用鍋状体(A)と、鉤 型フランジ部、周壁部および側壁部からなり、周壁部と 側壁部が空間を構成し、側壁部には酸空間内に延びる導 電リプを介して陰極が固着されている陰極室用鏡状体 (B) を2つ背中合わせに配置し、それぞれの鉤型フラ ンジ部と周壁部とにより形成される空間に棒状フレーム を挿入することにより陽極室と陰極室を構成せしめた電 解槽ユニットを陽イオン交換膜を介して多数配列せしめ っている特開昭54-90079号、ダクトを設けた特 50 てなるフィルタープレス型電解槽において、(a) 脳極

20

室上部の非通電部分及び陰極室上部の非通電部分の各々 に気被分離室を設け、(b) 陽極室及び/又は陰極室内 に供給電解液を均等に分配せしめるための分配装置を有 するフィルタープレス型電解槽を用いることを特徴とす る塩化アルカリの電解方法に関する。

【0007】一般的に低コストで安定した塩化アルカリ の電解を行なうために、電解槽や、電解方法として要求 されることには、設備コストが安価であること、低電圧 で電解できること、セル内の振動等によりイオン交換膜 が破損しないこと、セル内の電解液濃度の分布が均一で 10 イオン交換膜の電圧や電流効率が長期間安定しているこ と等があげられる。

【0008】このような要求は、最近の設備省力化、高 効率化の傾向にともない益々高度になってきている。例 えば、近年の電力コストの上昇により、電力コストの安 価な夜間電力をできるだけ多く使用し、電力コストの高 い昼間は低い電流で電解することがよく行なわれるよう になっている。このために、電流密度流が高くできる電 解方法が望まれるようになった。塩化アルカリの電解に おいて、電解電流密度は、通常最高でも30A/dm<sup>3</sup> ~40A/dm²の範囲で電解されている。高電流密度 で電解できれば、電解槽も含め設備が小さくできるので 建設コストが安価になり有利であるが電力コストの面で は不利になる。又、低電流密度で電解する場合は、逆に 設備コストが安価になり有利であるが電力コストは安価 となる。本発明は、このような場合においても、設備コ ストの安価な電解槽を用いて、45A/dm²以上から 10A/dm<sup>2</sup>以下までの広い範囲で安定で、状況に応 じて任意の電解槽圧力で電解でき、電解電圧も低い電解 方法を提供するものである。

【0009】本発明の電解方法が適用できるアルカリ金 属塩化物としては、例えば食塩、塩化カリウム、塩化リ チウム等があるが、工業上最も重要なものは食塩であ る。以下、本発明を食塩を例として、図面を参照にしつ つ詳細に説明するが本発明は、これらに限定されるもの ではない。図1及び図2は本発明に用いる電解槽のユニ ット (単位セル) の正面図とA-A' 線における断面図 であり、図3は錦状体の構成図、図4は本発明に用いる 複極式電解槽の組み立て図である。図中番号はそれぞれ に対応しており、同一番号のものは同一物を示す。

【0010】電解槽は、図1及び図2に示すように、外 級部を構成している棒状フレーム 1、陽極室および陰極 室を構成する鍋状体2、気液分離室を形成するL型の仕 切り板6、導電リブ3、電板4からなる。鍋状体2には 導電リプ3と仕切り板6が溶接されており、導電リブ3 には電極4が溶接されている。鍋状体2は図3に示すご とく、鉤型フランジ部7、周壁部8、側壁部9、より構 成される。周壁部8及び倒壁部9で構成される空間は、 脳極室または陰極室となる。背中合わせに組合せられた **鉤型フランジ部7と周壁部8で構成される空間に伸状フ 50 液をガスと液に分離し、この両方をスムーズに抜き出す** 

レーム1が挿入される。周壁部8の長さは膈極室、陰極 室の室厚みに相当する。側壁部9の高さは通電部分と陽 極側気液分離室の合計高さ、または通電部分と陰極側気 被分離室の合計高さとなる。倒壁部横幅は、陽極室、陰 極室の機幅に相当する。

【0011】図2に示すように陽極室用鍋状体と陰極室 用鍋状体は、背中合わせに配置されている。これら2つ の錦状体は、例えば溶接により一体化されていてもよ く、又一体化されていなくてもよいが、溶接により一体 化した方が電気抵抗が小さいので好ましい。一体化する 溶接方法は、直接超音波溶接法で溶接してもよいし、チ タンと鉄の爆発圧着板16をはさんで、スポット溶接し てもよい。

【0012】 鍋状体2および導電リブ3を製作するため の材料は、電解条件下で耐蝕性があればよく、例えば陽 極用鍋状体にはチタン、およびチタン合金、また、陰極 室鍋状体には鉄、ニッケル、ステンレス等が使用でき る。鍋状体2の厚みは、折り曲げ加工ができ、セル内圧 に耐え、かつ導電リブ3を溶接しうる厚みであればよく 1~3mm程度が好ましい。導電リブ3は、鍋状体2に 溶接されており、電解液および電解生成物の通路となる 被ガス流通用孔 5 が設けられている。導電リブの厚み は、鍋状体2の周壁部8の長さ、シール用ガスケット2 0、21の厚み、電極4の厚み等を考慮して膜-電極間 隔がゼロまたはゼロに近くになるように調整される。鍋 状体2および導電リブ3を製作するための材料は、電解 条件下で耐蝕性があればよく、例えば隔極室用鋼状には チタンおよびチタン合金が使用できる。

【0013】棒状フレーム1の断面形状は鉤型フランジ 30 部7、周壁部8で構成される空間形状と同一である。ま た、棒状フレーム1の周囲はゴムライニング、エポキシ 系樹脂等で保護されていることが電気絶縁上あるいは防 触上好ましい。棒状フレーム1の材料は、鉄、ステンレ ス等の金属の他、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ 塩化ビニール等のプラスチックも用いることができる が、金属製であれば電解槽の強度向上の点から好まし い。また、その断面は中実でも中空でも良いが、中実で あれば棒状フレームの強度上好ましい。

【0014】かくして、本発明に用いる電解槽は陽極室 40 用鍋状体および陰極室用鍋状体を2つ背中合わせに配置 し、それぞれの鉤型フランジ部と周壁部とにより形成さ れる空間に棒状フレームを挿入することによって本体を 構成するので、組み立てがきわめて簡単である。また、 それぞれの鍋状体の製作は1枚の板から製作できるため に、溶接部が少なく加工歪みおよび電解液のリークを防 止でき、電解槽内部の圧力が高くても十分耐えられる強 度を持ったきわめて安価に製作できる電解槽である。

【0015】本発明に用いる電解槽の脳極室上部及び陰 極室上部の気液分離室14は、通電部で発生した気泡と 目的で通電部上部の非通電部に設けたものである。気液 分離室14はポックス構造のものであれば何でも良いが 最も作りやすく安価な方法を選べば良い。気液分離室の 断面積(周壁部8、側壁部9、及び仕切り板6で囲まれ る面) は5cm<sup>2</sup> 以上で、L型に折り曲げた金属板の片 側の面に気液を通電部分から気液分離室へ導くために多 数の開口部を設けた仕切り板によって通電部と仕切られ ていることが好ましい。

【0016】気液分離室内は発生ガス及び液が排出ノズ ル13に向かって流れており、気液分離室の両端ではそ 10 の圧力損失によって圧力差が生じ、液面の高さが変わっ ている。そのため気液分離室の断面積があまりにも小さ いと、両端の液面の高さに大きな違いが生じ、排出ノズ ル13側の反対側の液面は通電部まで下がってしまい、 通電部にガスゾーンが形成されイオン交換膜に悪影響を 与える場合がある。

【0017】本発明者は、気液分離室の断面積と気液分 離室両端の液面差について詳しく検討した結果、通常予 想される圧力損失以上に気液分離室両端での液面の高さ に差があること、及びガスの流れのため気泡や液が波立 20 ちガス流路の閉塞、排出ノズルの閉塞が生じ、振動が発 生しやすくなることを見いだした。セル内の振動が激し いと、イオン交換膜が電極との間でこすれ破損する場合 がある。またこれらの傾向は、電解電流が大きくなれば なるほどガス発生量も多くなるため顕著になってくる。 したがって、気液分離室断面積は設計電流密度や通電面 積によっても違うが5cm²以上とればよく、好ましく は10 cm3、さらに高電流密度で大きな通電面積の電 解槽であれば15cm<sup>2</sup> 以上であることが好ましい。し かし、断面積が大きすぎると電解槽が大きくなり製作コ 30 ストが高くなったり電解槽の重量が重くなる等の不都合 が生じる場合があるので、この点も勘案して決める必要 がある。

【0018】通電部と気液分離室との間の仕切り板6に は液とガスが圧力損失なく通過できるような関口部15 を有する。開口部としては、例えば丸型、楕円型、角型 の穴やスリット状等いずれでも良い。閉口部の閉口率と しては、電流密度や通電面積によっても異なるが、5% 以上が好ましい。この開口率が小さすぎると気液分離室 へ気液が抜ける際、圧力損失を生じてガスが通電部上部 40 に滞留し、ガスゾーンを形成してイオン交換膜へ悪影響 を与える場合がある。図4の場合はL型の仕切り板6と 銭状体から形成され仕切り板6の非通電部との境界部分 にはガスと液の通路となる直径10mmの液ガス流出孔 15を横に一定間隔で開けたものを用いている。

【0019】ガスや液の排出は排出ノズル13を通して 行なうが、この際、気液が混じり合って振動が発生する ことがよくあり、この防止を図ることが必要である。最 も良い方法は、排出ノズル内の壁面を被が流れ、ガスが 中央部分を流れるような環状流で、圧力損失なく排出さ 50 くスリットを設けた金属板を周壁部8と倒壁部9との間

せ気液が混相で流れないようにすることである。このた めには、ノズルの向きが水平方向より下向きであること が、気液が湿相となることが少なくなく振動を防止しう るので好ましい。又、ノズル径が小さすぎると、ノズル の向きがたとえ水平方向より下向きであっても気液が混 相になりやすく脈流を生じてやはり振動が発生する。こ の傾向も、電流が増せば増すほど顕著になる。従って、 高電流密度でも安定した電解をするためには水平より下 向きで、好ましくは15mm以上で且つ、電解槽の厚み より小さい範囲で十分に大きな径を有している排出ノズ ルが好ましい。

【0020】電解液の内部の流動は、セル内部の電解液 の濃度分布に大きな影響を及ぼす。一般的に、電解槽に は電解液が下から供給され上部の一方の端から抜き出さ れるが、電解中に電解液の濃度は徐々に低下してゆくた め、セル内部での電解液の水平方向及び垂直方向での流 動による攪拌が不十分であると、電解液の濃度差が生じ やすい。イオン交換膜の性能は電解液の濃度によっても 大きな影響をうけるため、このような場合には、期待ど おりの性能が発揮できなくなる場合がある。

【0021】この点の改善を図るには、一つの方法とし て、電解液の循環用タンクを外部に設け、強制的に大量 の電解液を電解槽との間で循環しつつ電解する方法も有 効である。しかし、この方法では大量の電解液を循環す るためのポンプ、タンク等の付帯設備が必要となり、設 備面で不利である。また塩化アルカリの電解を行なう際 に発生した塩素中の酸素の増加防止、あるいはクロレー トの生成防止を図るため、塩酸を供給塩水中に添加して 電解槽にフィードする場合がある。この場合電解槽への 供給塩水流入口付近の塩水pHが低くなりすぎるとイオ ン交換膜の電圧が高くなる等の不都合を生ずることがあ

【0022】本発明者等は、この点についての改善を図 るために種々検討した結果、セルに電解電流に応じた必 要最低限の電解液を供給しつつ、0.2 kg/cm² G 以上の加圧をすることによって、電解液の上下方向の内 部循環による提弁が十分に行なわれるをみいだした。こ の理由は、セル内圧が低いとガスと液の比が大きくな り、セル内に気泡が大量に存在するためかえって液の流 動が不十分となるためと考えられる。しかし、2.0 k g/cm³G以上に加圧すると、フィルタープレス型電 解槽では電解槽からの液やガスのリークが生じやすくな る等の弊害もおこるので好ましくない。

【0023】加圧下で電解を行なう場合でも、電解液を セル内に均一に分配し、セル内の横方向の濃度分布をさ らに改善出来るような工夫をすることが好ましい。この ための供給電解液分配装置としては種々の構造が考えら れるが、例えばセル内通電部下端に穴を一列に開けたパ イブ、スリットを設けたパイプ、図1及び図2に示す如

に斜めに取り付けた簡単な分配装置17が安価で加工が しやすい。スリットは、1mm~3mmの幅で横方向に 直線状の開口部を有するものや、1mm~5mmの幅で 5mm~10mm長さの開口部を持つ孔を横方向に多数 有するものでもよい。又、スリットに代わり、直径1m m~5mmの穴を2mm~10mmの間隔で開けたもの 等を用いてもよい。 分配装置の材質は耐蝕性のあるもの であれば何でもよいが、電解槽に取り付ける際、溶接し やすい金属製のものが好ましい。

【0024】電極4には、エキスパンデッドメタル、有 10 孔平板、棒状、網状等の多孔性電極が使用できる。電極 材料としては、陽極であれば通常の塩化アルカリ金属水 溶液の電解に使用されるものでよい。すなわち、チタ ン、ジルコニウム、タンタル、ニオプおよびそれらの合 金を基材とし、その表面に酸化ルテニウム等の白金属酸 化物を主体とした陽極活性物質を被覆した電極が使用さ れる。陰極であれば、鉄、ニッケル、およびそれちの合 金をそのまま、または、その表面にラネーニッケル、ロ ダンニッケル、酸化ニッケル等の陰極活物質被覆して用 いられる。

【0025】本発明に用いる陽イオン交換膜としては、 当業者にはことさら説明を要しない通常公知のものが用 いられる。例えば、旭化成工業(株)ACIPLEX (登録商標)、デュポン社のNAFION(登録商 標)、旭ガラス(株)FLEMION (登録商標) 等い ずれでも良い。電解条件の中で重要なものとして電解中 のセル内の圧力と電解温度があるが、加圧状態又は高温 度で電解すると電解電圧を低くできるので有利なことは 良く知られている。本発明に用いる電解槽は、鉤型フラ ンジ部と周壁部とにより形成される空間に棒状フレーム 30 を挿入することによって構成されているので十分な強度 を有しており、大気圧以下から2kg/cm² Gまでの 広い範囲での電解が可能であるばかりでなく90℃以上 の高温にも耐えられる。従って、本発明においてはこの 利点を十分に生かす電解が可能である。

【0026】一般に加圧下では発生ガス体積が減少しセ ル内上部のガス液比が小さくなるため、大気圧以下での 電解より電解液の流動が起こりやすい。即ち本発明に用 いる電解槽の如く十分に大きな断面積の気液分離室を有 している電解槽では、加圧することにより、発生ガス体 40 **稲が減少すると気液分離室の両端での圧力損失も少なく** なりさらに被とガスを抜き出すノズル部分での振動も減 少するので45A/dm<sup>3</sup>以上の高電流密度でも安定し た電解が可能である。

【0027】電解温度を高くすると電解液やイオン交換 膜の電気抵抗が低くなるので電解電圧が低くなることは よく知られている。しかし本発明者は、電解温度がセル 内のガス液比や電解液濃度分布及び気液分離室内の液面 高さ等に与える影響について検討した結果、陽極側では 温度や電流密度が高くなるに従いガス液比が大きくなり 50 を状況に応じて広い範囲で自由に選択せしめる優れた方

セル内の塩水濃度のパラツキが大きくなること、気液分 離室内の液面が低くなり、特に排出ノズルの反対側の端 の気液分離室内液面が低くなって、ついには通電面にガ スゾーンが形成されることがわかった。このような現象 を防止し、90℃以上の温度でも高電密で低電圧の電解 をするためには電解時のセル内圧を 0.2 kg/cm² G以上にすること又は、気液分離室の断面積を大きくす ることが有効であることを見いだした。本発明は、加圧 に耐えられ且つ十分な断面積を持つ気液分離室を有する **電解槽を用いているので、このような電解温度も含めた** 最適電解条件を任意に選択できる。

【0028】本発明において電解セルに供給する陽極被 は、飽和に近い濃度の塩水で、その流量は、電解電流 や、セル内の塩水濃度の設定に応じた量が任意に選択で きる。陰極液は、希薄苛性ソーダをセルに供給し濃厚苛 性ソーダをセルから抜き出す方法や、水を供給し濃厚苛 性ソーダを得る方法等いずれでもよい。近年、イオン交 換膜の性能向上が著しくNaOH濃度の高濃度化が進ん でいるが、本発明に用いる電解槽の陰極室用鍋状体の材 20 質は、ステンレス、高ニッケル鍋、ニッケルなどいずれ でもよく、電解するNaOH濃度に応じた材質を選定で きるだけでなく、KOH、LIOHなど電解液にも対応 した材質が選定できる。従って本発明に用いている電解 槽では、50%程度の高濃度NaOHのようなきびしい 世解条件でも高電流密度で安定した電解ができる。

【0029】本発明に用いる電解槽は以上の通り、1枚 の板で製作された脳極室鍋状体及び陰極室鍋状体と棒状 フレームとで構成されているため安価で製作しやすく、 セル内圧が加圧状態でも十分耐えられるので低電圧で電 解できる。また、公知の方法では、90℃以上での電解 において、セル内の濃度分布の悪化が生じやすかった が、本発明に用いる電解槽は内部に供給電解液を均一に 分配できる装置を設けており、0.2kg/cm²G~ 2. 0 k g / c m² G迄の圧力で電解するので、セル内 の濃度分布についても均一で、供給塩水に塩酸を添加し 発生する塩素中の酸素を低減することも可能である。さ らに、45A/dm²以上の高電流密度で電解する場 合、従来公知の方法では、通電部にガスゾーンを形成し たり、セル内振動が発生したりする場合が多かったが、 本発明に用いている電解槽では、通電部上部の非通電部 には十分な大きさの断面積の気液分離室を持ち、さらに 水平より下向きに大きな断面積の排出ノズルも有してい るので、通電部にガスゾーンを形成することもなく、気 被分離室での気泡や液の波立ちによる振動も発生せず、 電解液排出の際に、気液混相流による圧力損失の変化に よる振動を発生することもない。

【0030】このように本発明の電解方法は、従来公知 の技術にない多くの利点を有し、本発明を用いることに よりはじめて、電解圧力、温度、電流密度等の電解条件

法である。次に本発明の実施例を示すが、本発明はこの 実施例のみに限定されるものではない。

#### [0031]

【実施例1】 5 ケの単位セルおよび2 ケの電流リード板 24を付けたセルを用いて、図4に示した複極式電解槽 を組み立てた。電解セル25は、鉤型フランジと気液分 離室を有しており機幅が2400mm、高さが1280 mmのサイズで、図1、図2と同一構造に製作されてい る。鍋状体の中央部には、電解液および電解生成物の通 路用として丸型の孔を設けた補強用リブ11を有してお 10 り、陽極鍋状体、陽極側気液分離室、丸型の孔5を設け た導電用リブ等の材料はチタンで製作され、陰極室鋼状 体、陰極側気液分離室、丸型の孔5を設けた導電用リブ 答はニッケルで製作した。

【0032】気液分離室断面積は、陽極側、陰極側どち らも15 cm² で、陽極側気液分離室はチタン板をL型 に折り曲げて仕切り板とし、陰極倒気液分離室はニッケ ル板をL型に折り曲げて仕切り板とし、それぞれの仕切 り板の通電部と非通電部の境に当たる部分には直径10 mmの被ガス流出孔15を多数設けている。また、それ 20 ぞれの気液分離室の一方の端には、25mmの内径を有 する排出ノズルを取り付けた。

【0033】分配装置17は、腸極側のみに取り付けら れており、図2に示すように、50mmのチタン板に横 方向に3mmのスリット18を設けたものを、陽極倒通 電部下部の側壁と周壁の間に斜めに取り付けている。陽 極室鍋状体と陰極室鍋状体との間はチタン一鉄の爆発圧 着板16をそれぞれの鍋状体とスポット溶接にて接合し ている。また棒状フレーム1が鉤型フランジ部7と周壁 部8の間に差し込まれている。

【0034】脇極は、エクスパンデッドメッシュ状に加 工したチタン板の表面に、ルテニウム、イリジウム、チ タンを成分とする酸化物を被覆することにより作成し た。陰極は、エクスパンデッドメッシュ状に加工したニ ッケル板の表面に、ニッケル酸化物を被覆することによ り作成した。この電解セルに、陽イオン交換膜ACIP LEX (登録商標) F-4100、陽極室ガスケット2 0、陰極室ガスケット21を用いてはさみ、図4に示し た電解槽を組み立てた。この時の陽極と陰極の間の距離 は約2、0mmであった。

【0035】この電解槽を用い、陽極側気液分離室内圧 力 0、 2 kg/cm2G、陰極側気液分離室内圧力 0. 23kg/cm<sup>2</sup> G、陽極側には出口濃度が200g/ 1となるように300g/1の食塩水を供給し、陰極室 には、出口にカセイソーダ濃度が33重量%になるよう に希薄カセイソーダ水溶液を供給した。又電解温度は、 90℃で電解電流密度を変えて電解し、各電流密度にお ける単位セル間の電圧と陽極側気液分離室内の振動及び 陽極室内塩水濃度差を測定した。さらに、通電部上部に ガスゾーン形成の可能性を判断するため、陽極側気液分 50 室セル内圧が1.0kg/cm G及び0.5kg/c

10

離室の上部で排出ノズル反対側の端から100mmの位 置に覗き窓を設け気液分離室内の液面の有無を観察し

【0036】振動は、横河電気(株)アナライジングレ コーダー3655Eを用いて、陽極側気液分離室内の気 相部分の圧力変動を測定し、その最大圧力と最小圧力と の差を振動とした。セル内の塩水濃度差は、セル内の通 電面上端から150mm下側の通電部の中央及び両端か ら100mm内側通電部の3点、セル通電面のほぼ中央 部の1点、セル内の通電面下端から150mm上側の通 電面の中央及び両端から100mm内側通電部の3点、 合計 7 点について、直接その部分の液をサンプリングし て濃度分析を行い、最も濃度の高い部分と低い部分との 濃度差の絶対値を濃度差とした。電解の結果、気液分離 室内には十分な電解液が有り、通電部にガスゾーンが生 じている様子はなく、電流密度によらず安定した電解が できた。結果を表1に示す。

#### [0037]

【実施例2】電解電流密度が40A/dm²、45A/ dm<sup>1</sup> において、供給塩水に 0. 08mo 1/1の濃度 になるように塩酸を加えた以外は実施例1と全く同様の 装置を用い同様の測定を行なった。30日間電解した が、その間電解電圧の上昇はなかった。電解を停止した 後、イオン交換膜を取り出して観察したが、イオン交換 膜には水泡や変色等の異常も認められなかった。測定結 果を表1に示す。

#### [0038]

【実施例3】電解電流密度が40A/dm<sup>2</sup> 及び45A /dm³ において、陽極室セル内圧を0.5kg/cm 30 1 G~2.0 kg/cm2 Gの範囲で変化させ、電解温 度90℃、陰極室内圧を陽極室内圧より0.02kg/ cm<sup>2</sup> G高く保ちつつ実施例1と同様な電解槽を用い同 様な測定を行なった。電解の結果、電解槽外への電解液 やガスのリークもなく、気液分離室内にも十分な電解液 が有り、通電部にガスソーンが生じている様子もなく、 高電流密度、加圧状態でも安定した電解ができた。結果 を表2に示す。

#### [0039]

【実施例4】電解電流密度が40A/dm² 及び45A /dm²、陽極室セル内圧O.2kg/cm²G、陰極 室内圧を陽極室内圧より0.02kg/cm² G高く保 ち、電解温度を変化させた以外は実施例1と同様な電解 槽を用い同様な測定を行なった。電解の結果、高電流密 度において広い範囲の電解温度にわたって、気液分離室 内にも十分な電解液が有り、通電部にガスゾーンが生じ ている様子もなく、安定した電解ができた。結果を表3 に示す。

#### [0040]

【実施例 5】電流密度 4 5 A / d m\* で、電解時の陽極

12

11

m² Gにおいて、陰極室内圧を陽極室内圧より0.02 kg/cm² G高く保ち、電解温度を変化させた以外は 実施例1と同様な電解槽を用い同様な測定を行なった。 電解の結果、高電流密度で、0.5kg/cm² G以上 の加圧状態においても広い範囲の電解温度にわたって電 解槽外への電解液やガスのリークもなく、気液分離室内 にも十分な電解液が有り、通電部にガスゾーンが生じて いる様子もなく、安定した電解ができた、結果を表4に 示す。

## [0041]

【表1】

144.1							
	電流密度 (A/dm²)			電圧 (V)	振動 (g/cm²)	淡度差 (g/1)	
-	美	3 0		3. 80	7	37	
1	應			3. 20	3	2 6	
1	<b>6</b> 91			3.03	1	1: 7	
	1			2. 83	0.	1 2	
	<b>実施例</b>		4 5	3. 3 2	. 9	5 1	
			40	3. 22	8	3.8	

【0042】 【表2】

20

10

<b>促液密度</b> (A/dm²)		セル内圧 (Kg/cm <sup>2</sup> G)	<b>電</b> 圧 (V)	振動 (g/cm²)	後度差 (g/1)
夹		2. 0	3. 25	0	1.7
	4.5	1. 0	3. 28	3	. 2 3
施		. 0. 5	8.8	5.	2.8
<b>6</b> 0		. 2. 0	3.16	0	11
3	40	1. 0	8. 17	1	18
		0. 5	8.18	2	1 9

[0043]

【表3】

14

電流密度 (A/dm²)		電解温度 (T)	電圧 (V)	級助 (g/cm <sup>2</sup> )	過度差 (g/l)	
英		9 2	3.28	7	4 8	
	4 5	8 5	3. 3.4	8	3 2	
施		8 0	3. 38	1 2	2 2	
例		9 2	3.19	2	2 9	
4	40	8 5	3.23	6	1.4	
		8 0	3. 27	8	1 8	

[0044]

【表4】

	セル内圧 (Kg/cm <sup>®</sup> G)	電解温度 (T)	<b>電圧</b> · (V)	振動 (g/cm²)	後皮差 (g/l)
奥	1. 0	8 2	3. 24	2	3 6
		8 5	9. 31	4	2 3
施		8 0	8. 85	в	2 0
694		9 2	3. 26	. 4	3 8
	0, 5	8 5	3. 32	7	2 8
5		8 0	3.37	10	2 4

[0045]

【発明の効果】本発明は、組み立て解体が簡単で、溶接部が少なく液リークがなく、加工が簡単で安価な複種式 40フィルタープレス型電解槽を用いているので以下の効果があり、塩化アルカリの電解方法として好適である。

- a セル内の振動がなく、イオン交換膜が破損することがない。
- 【0046】b セル内の電解液濃度分布が均一である。
- c 45A/dm! 以上の高電流密度でも安定した電解 ができる。
- d 90℃以上の高温度でも安定した電解ができる。
- e 0.2kg/cm² G~2.0kg/cm² G加圧 50 3

状態まで広い範囲での電解ができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の電解槽を構成するユニットの、腸極室 側正面図。

【図2】図1のA-A'線における断面図。

【図3】本発明の気液分離室と鉤型フランジ部の詳細 図。

【図4】本発明のセルを用いた複極式電解槽の組み立て 図である。

【符号の説明】

- 1 棒状フレーム
- 2 鏡状体
  - 3 導電リブ

(9)

特開平4-350190

16

15

4 電極

5 被ガス流通用孔

6 気液分離室仕切り板

7 鉤型フランジ部

8 周壁郁

9 側壁部

11 補強用リブ

12 電解液供給ノズル

13 排出ノズル

14 気液分離室

15 被ガス流出孔

16 爆発圧着板

17 分配装置

18 スリット

19 陽イオン交換膜

20 陽極側ガスケット

21 陰極側ガスケット

22 陽極室

23 陰極室

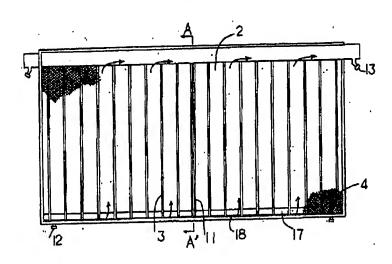
24 リード板

10 25 複極式電解セル

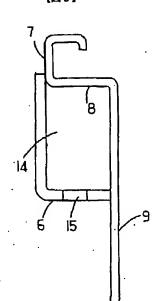
26 締結体

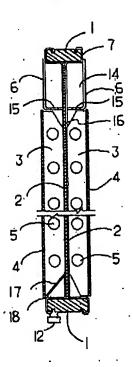
[図1]

[図2]









[図4]

